

WO 01/30945 A1

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年5月3日 (03.05.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/30945 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C10M 105/32, 129/04, 129/26,  
135/06, 145/24 // C10N 10:00, 80:00

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/06978

(22) 国際出願日: 2000年10月6日 (06.10.2000)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願平11/302504  
1999年10月25日 (25.10.1999) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 日石三菱株式会社 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORPORATION) [JP/JP]; 〒105-8412 東京都港区西新橋一丁目3番12号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 横田秀雄 (YOKOTA, Hideo) [JP/JP]. 須田聰 (SUDA, Satoshi) [JP/JP]; 〒231-0815 神奈川県横浜市中区千鳥町8番地 日石三菱株式会社 潤滑油部潤滑油研究所内 Kanagawa

(JP). 青田昇 (OTA, Noboru) [JP/JP]; 〒105-0001 東京都港区虎ノ門一丁目2番6号 日石三菱株式会社内 Tokyo (JP). 夏目芳幸 (NATSUME, Yoshitaka) [JP/JP]. 井比政則 (IBI, Masanori) [JP/JP]; 〒945-0054 新潟県柏崎市日石町1番地 日本石油加工株式会社 柏崎工場内 Niigata (JP). 岡嶋稔 (OKAJIMA, Minoru) [JP/JP]; 〒108-0074 東京都港区高輪二丁目18番10号 日本石油加工株式会社内 Tokyo (JP). 稲崎一郎 (INEZAKI, Ichiro) [JP/JP]; 〒239-0813 神奈川県横須賀市鴨居3-47-3 Kanagawa (JP). 若林利明 (WAKABAYASHI, Toshiaki) [JP/JP]; 〒761-0701 香川県木田郡三木町池戸1239-2 医大池戸宿舎C101 Kagawa (JP).

(74) 代理人: 森田順之, 外 (MORITA, Nobuyuki et al.); 〒105-0003 東京都港区西新橋三丁目5番8号 渡瀬ビル Tokyo (JP).

(81) 指定国(国内): CN, KR, US.

添付公開書類:  
— 國際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイドスノート」を参照。

(54) Title: FLUID COMPOSITION FOR CUTTING OR GRINDING SYSTEM EMPLOYING TRACE AMOUNT OF FLUID

(54) 発明の名称: 極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物

(57) Abstract: A fluid composition for use in a cutting or grinding system wherein a trace amount of a fluid is supplied to a cutting or grinding point together with air, characterized in that the composition comprises an ester, in particular, an ester having specific properties as a base oil. The fluid is markedly improved in lubricating property and tackiness.

(57) 要約:

切削・研削箇所に微量の油剤を空気とともに供給する極微量油剤供給方式の切削・研削加工に適した油剤組成物であって、基油としてエステル、特に一定の特性を有するエステルを用いることでべたつき性及び潤滑性が更に改良された油剤組成物を提供する。

F04-0420  
-01 WO-NM  
05.4.12  
SEARCH REPORT

15

## 明 細 書

### 極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物

#### [技術分野]

本発明は、切削・研削箇所に微量の油剤を圧縮流体と共に供給する極微量油剤供給方式の切削・研削加工に適した極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物に関する。

#### [背景技術]

一般に切削・研削加工においては切削・研削油剤が使用されている。この目的は加工に用いられるドリル、エンドミル、バイト、砥石等の工具の寿命延長や被加工物の表面粗さの向上、それによる加工能率の増大といった機械加工における生産性の向上にある。

切削・研削油剤は、界面活性剤及び潤滑成分を水に希釈して使用する水溶性切削・研削油剤と、鉱物油を主成分として原液のままで使用する不水溶性切削・研削油剤との2種類に大別される。そして従来の切削・研削加工においては比較的大量の切削・研削油剤が加工箇所に供給されている。

切削・研削油剤の最も基本的でかつ重要な機能としては潤滑作用と冷却作用が挙げられる。一般に、不水溶性切削・研削油剤は潤滑性能に、水溶性切削・研削油剤は冷却性能にそれぞれ優れている。不水溶性油剤の冷却効果は水溶性油剤に比べると劣るため、一般に1分間に数リットルから場合によっては数10リットルもの大量の不水溶性切削・研削油剤が必要になる。

加工能率の向上に有効な切削・研削油剤も別の側面からみると好ましくない点があり、その代表的な問題点として環境への影響が挙げられる。不水溶性、水溶性にかかわらず油剤は使用中に徐々に劣化してついには使用不能な状態になる。例えば、水溶性油剤の場合には微生物の発生によって液の安定性が低下して成分

の分離が生じたり、衛生環境を著しく低下させてその使用が不可能となる。また、不水溶性油剤の場合には酸化の進行によって生じる酸性成分が金属材料を腐食させたり、粘度の著しい変化が生じてその使用が不可能となる。また、油剤が切りくず等に付着して消費されたりして廃棄物となる。

このような場合には劣化した油剤を廃棄して新しい油剤が使用される。この時に廃棄物として排出される油剤は環境に影響を及ぼさないように様々な処理が必要になる。例えば、作業能率の向上を優先させて開発してきた切削・研削油剤には、焼却処理時に有毒なダイオキシンを発生させる可能性のある塩素系化合物が多く用いられているが、これらの化合物の除去処理などが必要になる。このため、塩素系化合物を含まない切削・研削油剤も開発されているが、たとえかかる有害な成分を含まない切削・研削油剤であっても廃棄物の大量排出にともなう環境への影響という問題がある。また水溶性油剤の場合には環境水域を汚染する可能性があるため、高いコストをかけて高度な処理を施す必要がある。

上述のような問題点に対処するために最近では切削・研削箇所に冷風を吹きかけて冷却することにより切削・研削油剤の代用とする検討がなされつつあるが、この場合には、切削・研削油剤に求められている潤滑性という一方の性能は得られない。

この点を補うために通常の 1/100000~1/1000000 程度の極微量の油剤を圧縮流体（例えば圧縮空気）と共に切削・研削箇所に供給するシステムが開発されている。このシステムでは、圧縮空気による冷却効果が得られ、また極微量の油剤を用いるために廃棄物量を低減することができ、従って廃棄物の大量排出に伴う環境への影響も改善することができる。しかし、この極微量油剤供給方式を利用する切削・研削加工に求められる性能、即ち、極微量であっても良好な表面の加工物を得ることができ、また工具等の摩耗も少なく、切削・研削を効率よく行える高い性能を持つ切削・研削油剤はまだ提案されておらず、その開発が望まれている。また極微量油剤供給方式では、油剤はオイルミストとして供給されるので、工作機械内部、ワーク、工具、ミストコレクター内等に付着しやすいとの問題が

伴う。この場合、付着した油剤がべたつき易いものであると、取り扱い性において支障を来し、作業能率を低下させる原因となる。このため、極微量油剤供給方式に用いる油剤の開発では、油剤はべたつきにくくことが望ましい。

そこで、本発明は、このような実状に鑑みなされたものであり、その目的は、切削・研削加工箇所に油剤を圧縮流体と共に供給し油剤の使用量を極微量にして、廃棄物として排出される油剤の量を大幅に削減しようとする切削・研削油剤供給方式、すなわち極微量油剤供給方式に適した極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物を提供することにある。特に本発明の目的は、べたつきにくく（べたつき性が低く）、しかも切削・研削加工を効率よく行えるように優れた潤滑性をも備えた油剤組成物を提供することにある。

#### [発明の開示]

本発明の発明者の研究の結果、極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物としてエステルを基油として含む油剤を用いることで、切削・研削加工時の作業性、被加工物の仕上がり具合などにおいて非常に有効であることを見出した。特に極微量油剤供給方式で生じがちなミストによる工具等に付着した油剤のべたつき性の改善や更に潤滑性の改善のためには、一定の特性を有するエステルを用いることが有効であることを見出した。また基油としてのエステルに油性剤や酸化防止剤を含有させることで更に潤滑性及びべたつき性の改善された油剤を得られることを見出した。

本発明は、エステルを基油として含有してなる極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物にある。

以下に、本発明を更に詳細に説明する。

本発明はエステルを基油として用いた極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物であるが、ここで極微量油剤供給式切削・研削加工とは、通常の切削・研

削加工に比して 1/100000～1/1000000 程度の極微量の油剤を圧縮流体と共に切削・研削箇所に供給しながら行う切削・研削加工を言う。つまり、極微量油剤供給方式は、通常最大でも 0.001 ミリリットル／分～1 ミリリットル／分の範囲の微量の油剤を圧縮流体（例えば圧縮空気）と共に切削・研削箇所に向けて供給する方式である。なお、圧縮空気以外に窒素、アルゴン、ヘリウム、二酸化炭素、水などの圧縮流体を単独で用いたり、あるいはこれらの流体を混合して用いることも可能である。

本発明の極微量油剤供給式切削・研削加工における圧縮流体の圧力は、油剤が飛散して雰囲気を汚染させないような圧力、及び油剤と気体、あるいは液体との混合流体が切削・研削加工点に十分到達できるような圧力に調節される。また、圧縮流体の温度は冷却性の観点から、通常室温（25°C程度）又は室温から-50°Cに調節される。

本発明の極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物（以下、単に油剤組成物あるいは油剤）に基油として用いられているエステルについて説明する。

基油としてのエステルは天然物（通常は動植物などの天然油脂に含まれるもの）であっても合成物であってもよい。本発明では得られる油剤組成物の安定性やエステル成分の均一性などの点から合成エステルであることが好ましい。

基油のエステルを構成するアルコールとしては、1 倍アルコールでも多価アルコールでも良く、酸としては一塩基酸でも多塩基酸であっても良い。1 倍アルコールとしては、通常炭素数 1～24、好ましくは 1～12、更に好ましくは 1～8 のものが用いられ、このようなアルコールとしては直鎖のものでも分岐のものでも良く、また飽和のものであっても不飽和のものであっても良い。炭素数 1～24 のアルコールとしては、具体的には例えば、メタノール、エタノール、直鎖状又は分岐状のプロパノール、直鎖状又は分岐状のブタノール、直鎖状又は分岐状のペンタノール、直鎖状又は分岐状のヘキサノール、直鎖状又は分岐状のヘプタノール、直鎖状又は分岐状のオクタノール、直鎖状又は分岐状のノナノール、直鎖状又は分岐状のデカノール、直鎖状又は分岐状のウンデカノール、直鎖状又

は分岐状のドテカノール、直鎖状又は分岐状のトリデカノール、直鎖状又は分岐状のテトラデカノール、直鎖状又は分岐状のペンタデカノール、直鎖状又は分岐状のヘキサデカノール、直鎖状又は分岐状のヘプタデカノール、直鎖状又は分岐状のオクタデカノール、直鎖状又は分岐状のノナデカノール、直鎖状又は分岐状のイコサノール、直鎖状又は分岐状のヘンイコサノール、直鎖状又は分岐状のトリコサノール、直鎖状又は分岐状のテトラコサノール及びこれらの混合物等が挙げられる。

多価アルコールとしては、通常2～10価、好ましくは2～6価のものが用いられる。2～10の多価アルコールとしては、具体的には例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール（エチレングリコールの3～15量体）、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール（プロピレングリコールの3～15量体）、1,3-プロパンジオール、1,2-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、2-メチル-1,2-プロパンジオール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、1,2-ベンタンジオール、1,3-ベンタンジオール、1,4-ベンタンジオール、1,5-ベンタンジオール、ネオベンチルグリコール等の2価アルコール；グリセリン、ポリグリセリン（グリセリンの2～8量体、例えばジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン等）、トリメチロールアルカン（トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、トリメチロールブタン等）及びこれらの2～8量体、ベンタエリスリトール及びこれらの2～4量体、1,2,4-ブタントリオール、1,3,5-ベンタントリオール、1,2,6-ヘキサントリオール、1,2,3,4-ブタンテトロール、ソルビトール、ソルビタン、ソルビトールグリセリン縮合物、アドニトール、アラビトール、キシリトール、マンニトール等の多価アルコール；キシロース、アラビノース、リボース、ラムノース、グルコース、フルクトース、ガラクトース、マンノース、ソルボース、セロビオース、マルトース、イソマルトース、トレハロース、スクロース等の糖類、及びこれらの混合物等が挙げられる。

これらの中でも特に、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール（エチレングリコールの3～10量体）、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール（プロピレングリコールの3～10量体）、1，3-プロパンジオール、2-メチル-1，2-プロパンジオール、2-メチル-1，3-プロパンジオール、ネオベンチルグリコール、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、トリメチロールアルカン（トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、トリメチロールブタン等）及びこれらの2～4量体、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、1，2，4-ブタントリオール、1，3，5-ペンタントリオール、1，2，6-ヘキサントリオール、1，2，3，4-ブantanテトロール、ソルビトール、ソルビタン、ソルビトールグリセリン縮合物、アドニトール、アラビトール、キシリトール、マンニトール等の2～6価の多価アルコール及びこれらの混合物等が好ましい。さらにより好ましくは、エチレングリコール、プロピレングリコール、ネオベンチルグリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ソルビタン、及びこれらの混合物等である。

基油のエステルを構成するアルコールは、上述したように1価アルコールであっても多価アルコールであっても良いが、切削及び研削加工においてより優れた潤滑性が得られ、加工物の仕上げ面精度の向上と工具刃先の摩耗防止効果がより大きくなる、流動点の低いものがより得やすく、冬季及び寒冷地での取り扱い性がより向上する等の点から多価アルコールであることが好ましい。

一塩基酸としては、通常炭素数2～24の脂肪酸が用いられ、その脂肪酸は直鎖のものでも分岐のものでも良く、また飽和のものでも不飽和のものでも良い。具体的には、例えば、酢酸、プロピオン酸、直鎖状又は分岐状のブタン酸、直鎖状又は分岐状のベンタン酸、直鎖状又は分岐状のヘキサン酸、直鎖状又は分岐状のヘプタン酸、直鎖状又は分岐状のオクタン酸、直鎖状又は分岐状のノナン酸、

直鎖状又は分岐状のデカン酸、直鎖状又は分岐状のウンデカン酸、直鎖状又は分岐状のドデカン酸、直鎖状又は分岐状のトリデカン酸、直鎖状又は分岐状のテトラデカン酸、直鎖状又は分岐状のペントデカン酸、直鎖状又は分岐状のヘキサデカン酸、直鎖状又は分岐状のヘプタデカン酸、直鎖状又は分岐状のオクタデカン酸、直鎖状又は分岐状のヒドロキシオクタデカン酸、直鎖状又は分岐状のノナデカン酸、直鎖状又は分岐状のイコサン酸、直鎖状又は分岐状のヘンイコサン酸、直鎖状又は分岐状のドコサン酸、直鎖状又は分岐状のトリコサン酸、直鎖状又は分岐状のテトラコサン酸等の飽和脂肪酸、アクリル酸、直鎖状又は分岐状のブテン酸、直鎖状又は分岐状のベンテン酸、直鎖状又は分岐状のヘキセン酸、直鎖状又は分岐状のヘプテン酸、直鎖状又は分岐状のオクテン酸、直鎖状又は分岐状のノネン酸、直鎖状又は分岐状のデセン酸、直鎖状又は分岐状のウンデセン酸、直鎖状又は分岐状のドテセン酸、直鎖状又は分岐状のトリデセン酸、直鎖状又は分岐状のテトラデセン酸、直鎖状又は分岐状のペントデセン酸、直鎖状又は分岐状のヘキサデセン酸、直鎖状又は分岐状のヘプタデセン酸、直鎖状又は分岐状のオクタデセン酸、直鎖状又は分岐状のヒドロキシオクタデセン酸、直鎖状又は分岐状のノナデセン酸、直鎖状又は分岐状のイコセン酸、直鎖状又は分岐状のヘンイコセン酸、直鎖状又は分岐状のドコセン酸、直鎖状又は分岐状のトリコセン酸、直鎖状又は分岐状のテトラコセン酸等の不飽和脂肪酸、及びこれらの混合物等が挙げられる。これらの中でも、切削及び研削加工においてより優れた潤滑性が得られ、加工物の仕上げ面精度の向上と工具刃先の摩耗防止効果をより大きくすることができる等の点から特に炭素数3～20の飽和脂肪酸、炭素数3～22の不飽和脂肪酸及びこれらの混合物が好ましく、炭素数4～18の飽和脂肪酸、炭素数4～18の不飽和脂肪酸及びこれらの混合物が更に好ましい。

多塩基酸としては炭素数2～16の二塩基酸及びトリメリト酸等が挙げられる。炭素数2～16の二塩基酸としては、直鎖のものでも分岐のものでも良く、また飽和のものでも不飽和のものでも良い。具体的には例えば、エタン二酸、プロパン二酸、直鎖状又は分岐状のブタン二酸、直鎖状又は分岐状のペントアン二酸、直

鎖状又は分岐状のヘキサン二酸、直鎖状又は分岐状のヘプタン二酸、直鎖状又は分岐状のオクタン二酸、直鎖状又は分岐状のノナン二酸、直鎖状又は分岐状のデカン二酸、直鎖状又は分岐状のウンデカン二酸、直鎖状又は分岐状のドデカン二酸、直鎖状又は分岐状のトリデカン二酸、直鎖状又は分岐状のテトラデカン二酸、直鎖状又は分岐状のヘプタデカン二酸、直鎖状又は分岐状のヘキサデカン二酸、直鎖状又は分岐状のヘキセン二酸、直鎖状又は分岐状のヘプテン二酸、直鎖状又は分岐状のオクテン二酸、直鎖状又は分岐状のノネン二酸、直鎖状又は分岐状のデセン二酸、直鎖状又は分岐状のウンデセン二酸、直鎖状又は分岐状のドデセン二酸、直鎖状又は分岐状のトリデセン二酸、直鎖状又は分岐状のテトラデセン二酸、直鎖状又は分岐状のヘプタデセン二酸、直鎖状又は分岐状のヘキサデセン二酸及びこれらの混合物等が挙げられる。

基油のエステルを構成する酸としては、上述したように一塩基酸であっても多塩基酸であっても良いが、粘度指数の高いものがより得やすく、ミスト性がより良くなる、また優れた潤滑性能を発揮する等の点から一塩基酸であることが好ましい。

基油のエステルを形成するアルコールと酸との組み合わせは任意であって特に限定されないが、本発明で使用可能なエステルとしては、例えば下記のエステルを挙げることができる。

- ①一価アルコールと一塩基酸とのエステル
- ②多価アルコールと一塩基酸とのエステル
- ③一価アルコールと多塩基酸とのエステル
- ④多価アルコールと多塩基酸とのエステル
- ⑤一価アルコール、多価アルコールとの混合物と多塩基酸との混合エステル
- ⑥多価アルコールと一塩基酸、多塩基酸との混合物との混合エステル
- ⑦一価アルコール、多価アルコールとの混合物と一塩基酸、多塩基酸との混合エステル。

これらの中でも、切削及び研削加工においてより優れた潤滑性が得られ、加工物の仕上げ面精度の向上と工具刃先の摩耗防止効果がより大きくなる、流動点の低いものがより得やすく、冬季及び寒冷地での取り扱い性がより向上する、粘度指数の高いものがより得やすく、ミスト性がより良くなる等の点から②多価アルコールと一塩基酸とのエステルであることが好ましい。

使用可能な天然油脂としては、特に限定されないが、好ましくは例えば、パーム油、パーム核油、菜種油、大豆油、ハイオレイック菜種油、及びハイオレイックサンフラワー油などの植物油、ラードなどの動物油を挙げることができる。

本発明において、アルコール成分として多価アルコールを用いた場合に得られるエステルは、多価アルコール中の水酸基全てがエステル化された完全エステルでも良く、あるいは水酸基の一部がエステル化されず水酸基のままで残っている部分エステルでも良い。また、酸成分として多塩基酸を用いた場合に得られる有機酸エステルは、多塩基酸中のカルボキシル基全てがエステル化された完全エステルでも良く、あるいはカルボキシル基の一部がエステル化されずカルボキシル基のままで残っている部分エステルであっても良い。

本発明の油剤組成物に基油として前記のエステルを用いることにより潤滑性が改良された油剤が得られるが、更に良好な潤滑性を示す油剤を得るために水酸基価 $0.01 \sim 300 \text{ mg KOH/g}$ のエステルを用いることが好ましい。本発明においては更に高い潤滑性の油剤を得るために、エステルの水酸基価の上限値は更に好ましくは $200 \text{ mg KOH/g}$ であり、最も好ましくは $150 \text{ mg KOH/g}$ であり、一方その下限値は、更に好ましくは $0.1 \text{ mg KOH/g}$ であり、更に好ましくは $0.5 \text{ mg KOH/g}$ であり、更に好ましくは $1 \text{ mg KOH/g}$ であり、更に好ましくは $3 \text{ mg KOH/g}$ であり、最も好ましくは $5 \text{ mg KOH/g}$ である。ここで、エステルの水酸基価は、JIS K 0070「化学製品の酸価、ケン化価、エステル価、沃素価、水酸基価及び不ケン化価物の測定方法」の指示薬滴

定法により測定した値を意味する。

水酸基価が0.01～300mg KOH/gの範囲にあるエステルの調製方法としては特に制限はないが、例えば、エステル調製工程においてその原料の選択や反応条件を調整する方法、あるいは水酸基価の異なる二種以上のエステルを混合する方法を挙げることができる。水酸基価の異なる二種以上のエステルを混合して目的の水酸基価のエステルを調製する場合には、比較的水酸基価の低いエステルと比較的水酸基価の高いエステルとを組み合わせて用いる。具体的には、水酸基価0～150mg KOH/g、更に好ましくは0～100mg KOH/g、更に好ましくは0～50mg KOH/g、最も好ましくは0～20mg KOH/gのエステルと、水酸基価150mg KOH/gを超え500mg KOH/g以下、更に好ましくは200～400mg KOH/g、最も好ましくは250～350mg KOH/gのエステルとを組み合わせて用いる。又これらの配合量については、前者のエステルをエステル全量基準で50～99.9質量%、更に好ましくは70～99.5質量%、最も好ましくは80～99質量%、及び後者のエステルをエステル全量基準で0.1～50質量%、更に好ましくは0.5～30質量%、最も好ましくは1～20質量%となるようにそれぞれ使用する。このように油剤組成物を二種以上のエステル混合物として構成した場合には、通常比較的低い水酸基価のエステルが油剤組成物の基油として、比較的高い水酸基価のエステルがその添加剤としてそれぞれ寄与するが、本発明ではこれらを合わせて基油として扱う。

また油剤の潤滑性をより高める観点からエステルのケン化価は、100～500mg KOH/gの範囲にあることが好ましい。エステルのケン化価の上限値は更に好ましくは400mg KOH/gであり、一方その下限値は更に好ましくは200mg KOH/gである。ここで、エステルのケン化価は、JIS K 2503「航空潤滑油試験方法」の指示薬滴定法により測定した値を意味する。

良好な潤滑性を有する油剤組成物は更にべたつきにくいことが好ましく、その

ためには、沃素価が0～80の範囲にあるエステル及び/又は臭素価が0～50 g Br<sub>2</sub>/100 gの範囲にあるエステルを用いることが好ましい。

エステルの沃素価は、更に好ましくは0～60の範囲、更に好ましくは0～40の範囲、更に好ましくは0～20の範囲、最も好ましくは0～10の範囲にある。

エステルの臭素価は、更に好ましくは0～30 g Br<sub>2</sub>/100 gの範囲、更に好ましくは0～20 g Br<sub>2</sub>/100 gの範囲、最も好ましくは0～10 g Br<sub>2</sub>/100 gの範囲にある。ここで、エステルの沃素価は、JIS K 0070「化学製品の酸価、ケン化価、エステル価、沃素価、水酸基価及び不ケン化価物の測定方法」の指示薬滴定法により測定した値を意味する。またエステルの臭素価は、JIS K 2605「化学製品—臭素価試験方法—電気滴定法」により測定した値を意味する。

基油としてのエステルの動粘度については特に制限はないが、加工箇所への供給のしやすさの点から40°Cにおける動粘度の上限値は200 mm<sup>2</sup>/sであることが好ましく、更に好ましくは100 mm<sup>2</sup>/sであり、更に好ましくは75 mm<sup>2</sup>/sであり、最も好ましくは50 mm<sup>2</sup>/sである。一方その下限値は、1 mm<sup>2</sup>/sであることが好ましく、更に好ましくは3 mm<sup>2</sup>/sであり、最も好ましくは5 mm<sup>2</sup>/sである。

また基油としてのエステルの流動点および粘度指数には特に制限はないが流動点は-20°C以下であることが好ましく、更に好ましくは-45°C以下である。粘度指数は100以上200以下であることが望ましい。

本発明の油剤組成物の基油として用いられているエステルの含有量には特に制限はない。しかしながら、バクテリア等の微生物による油剤成分の分解がより容易に行われ、周辺の環境が維持される生分解性の点から、油剤中のエステルの含有量は、組成物全量基準で10質量%以上であることが好ましく、20質量%以上であることがより好ましく、30質量%以上であることが更に好ましく、最も

好ましくは50質量%以上である。

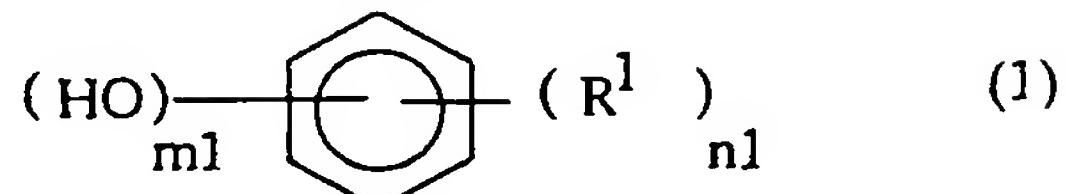
本発明の油剤組成物には、基油としての上記エステルに更に油性剤が含有されていることが好ましい。油性剤の添加により油剤の潤滑性を向上させることができる。油性剤としては、(A) アルコール、(B) カルボン酸、(C) 不飽和カルボン酸の硫化物、(D) 下記一般式(3)で表される化合物、(E) 下記一般式(4)で表される化合物、(F) ポリオキシアルキレン化合物、及び(G) エステルなどを挙げることができる。以下、これらの油性剤について説明する。

(A) アルコールは、1価アルコールでも多価アルコールでも良い。より高い潤滑性能が得られ、優れた加工性が得られる点から炭素数1～40の1価アルコールが好ましく、更に好ましくは炭素数1～25のアルコールであり、最も好ましくは炭素数8～18のアルコールである。具体的には、上記基油のエステルを構成するアルコールの例を挙げることができる。これらのアルコールは直鎖状でも分岐を行っていても良く、また飽和でも不飽和でも良いが、べたつき性の点から飽和であることが好ましい。

(B) カルボン酸は1塩基酸でも多塩基酸でも良い。より高い潤滑性能が得られ、優れた加工性が得られる点から炭素数1～40の1価のカルボン酸が好ましく、更に好ましくは炭素数5～25のカルボン酸であり、最も好ましくは炭素数5～20のカルボン酸である。具体的には、上記基油としてのエステルを構成するカルボン酸の例を挙げることできる。これらのカルボン酸は、直鎖状でも分岐を有していても良く、飽和でも不飽和でも良いが、べたつき性の点から飽和であることが好ましい。

(C) 不飽和カルボン酸の硫化物としては、例えば、上記(B)のカルボン酸のうち、不飽和のものの硫化物を挙げることができる。具体的には例えば、オレイン酸の硫化物を挙げることができる。

## (D) 下記一般式(1)で表される化合物

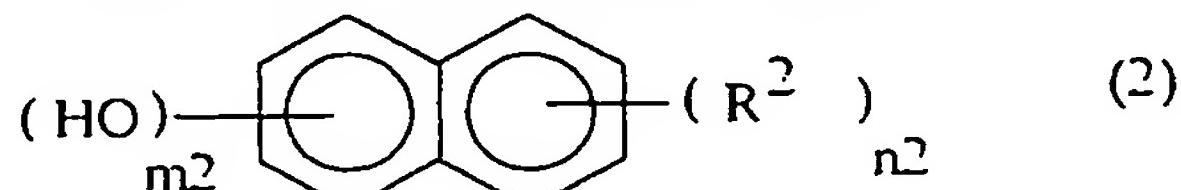


(一般式(1)において、R<sup>1</sup>は炭素数1～30の炭化水素基を表し、m1は1～6の整数を表し、n1は0～5の整数を表す。)

R<sup>1</sup>で表される炭素数1～30の炭化水素基の例としては、例えば炭素数1～30の直鎖又は分岐アルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基、炭素数6～30のアルキルシクロアルキル基、炭素数2～30の直鎖又は分岐アルケニル基、炭素数6～10のアリール基、炭素数7～30のアルキルアリール基、及び炭素数7～30のアリールアルキル基を挙げることができる。これらの中では、炭素数1～30の直鎖又は分岐アルキル基であることが好ましく、更に好ましくは炭素数1～20の直鎖又は分岐アルキル基であり、更に好ましくは炭素数1～10の直鎖又は分岐アルキル基であり、最も好ましくは炭素数1～4の直鎖又は分岐アルキル基である。炭素数1～4の直鎖又は分岐アルキル基の例としては、メチル基、エチル基、直鎖又は分岐のプロピル基及び直鎖又は分岐のブチル基を挙げることができる。

水酸基の置換位置は任意であるが、二個以上の水酸基を有する場合には隣接する炭素原子に置換していることが好ましい。m1は好ましくは1～3の整数であり、更に好ましくは2である。n1は好ましくは0～3の整数であり、更に好ましくは1又は2である。一般式(1)で表される化合物の例としては、p-tert-ブチルカテコールを挙げることができる。

## (E) 下記一般式(2)で表される化合物



(一般式(2)において、R<sup>2</sup>は炭素数1～30の炭化水素基を表し、m2は1～6の整数を表し、n2は0～5の整数を表す。)

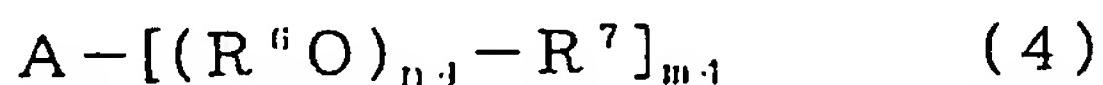
R<sup>2</sup>で表される炭素数1～30の炭化水素基の例としては、前記一般式(1)のR<sup>1</sup>で表される炭素数1～30の炭化水素基の例と同じものを挙げることができ

き、また好ましいものの例も同じである。水酸基の置換位置は任意であるが、二個以上の水酸基を有する場合には隣接する炭素原子に置換していることが好ましい。 $m_2$ は好ましくは1～3の整数であり、更に好ましくは2である。 $n_2$ は好ましくは0～3の整数であり、更に好ましくは1又は2である。一般式(2)で表される化合物の例としては、2,2-ジヒドロキシナフタレン、2,3-ジヒドロキシナフタレンを挙げることができる。

(F)ポリオキシアルキレン化合物としては、例えば下記一般式(3)又は(4)で表される化合物を挙げることができる。



(一般式(1)において、 $R^3$ 及び $R^5$ は各々独立に水素原子又は炭素数1～30の炭化水素基を表し、 $R^1$ は炭素数2～4のアルキレン基を表し、そして $m_3$ は数平均分子量が100～3500となるような整数を表す。)



(一般式(2)において、Aは、水酸基を3～10個有する多価アルコールの水酸基の水素原子の一部又は全てを取り除いた残基を表し、 $R^6$ は炭素数2～4のアルキレン基を表し、 $R^7$ は水素原子又は炭素数1～30の炭化水素基を表し、そして $n_4$ は数平均分子量が100～3500となるような整数を表し、 $m_4$ は、Aの取り除かれた水酸基の水素原子の個数と同じ数を表す。)

一般式(3)について説明する。

$R^3$ 及び $R^5$ の少なくとも一方は水素原子であることが好ましい。 $R^3$ 及び $R^5$ で表される炭素数1～30の炭化水素基としては、例えば前記一般式(1)の $R^1$ 及び $R^3$ で表される炭素数1～30の炭化水素基の例と同じものを挙げることができ、また好ましいものの例も同じである。 $R^2$ で表される炭素数2～4のアルキレン基としては、具体的には例えば、エチレン基、プロピレン基(メチルエチレン基)、ブチレン基(エチルエチレン基)を挙げることができる。

$m_3$ は、好ましくは数平均分子量が300～2000となるような整数であり、

更好ましくは数平均分子量が500～1500となるような整数である。

一般式(4)について説明する。

Aを構成する3～10の水酸基を有する多価アルコールの具体例としては、グリセリン、ポリグリセリン(グリセリンの2～4量体、例えば、ジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン)、トリメチロールアルカン(トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、トリメチロールブタン)及びこれらの2～4量体、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、1,2,4-ブタントリオール、1,3,5-ベンタントリオール、1,2,6-ヘキサントリオール、1,2,3,4-ブタンテトロール、ソルビトール、ソルビタン、ソルビトールグリセリン縮合物、アドニトール、アラビトール、キシリトール、マンニトール、イジリトール、タリトール、ズルシトール、アリトールなどの多価アルコール；キシロース、アラビノース、リボース、ラムノース、グルコース、フルクトース、ガラクトース、マンノース、ソルボース、セロビオース、マントース、イソマントース、トレハロース、及びシュクロースなどの糖類を挙げることができる。これらの中でもグリセリン、ポリグリセリン、トリメチロールアルカン、およびこれらの2～4量体、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、ソルビトール、又はソルビタンが好ましい。

R<sup>6</sup>で表される炭素数2～4のアルキレン基の例としては、前記一般式(3)のR<sup>4</sup>で表される炭素数2～4のアルキレン基の例と同じものを挙げることができる。またR<sup>7</sup>で表される炭素数1～30の炭化水素基の例としては、前記一般式(1)のR<sup>1</sup>で表される炭素数1～30の炭化水素基の例と同じものを挙げることができ、また好ましいものの例も同じである。m 4個のR<sup>7</sup>の内の少なくとも一つが水素原子であることが好ましく、全て水素原子であることが更に好ましい。n 4は、好ましくは数平均分子量が300～2000となるような整数であり、更に好ましくは数平均分子量が500～1500となるような整数である。

(G) エステルとしては、これを構成するアルコールが1価アルコールでも多価アルコールでも良く、またカルボン酸は一塩基酸でも多塩基酸であっても良いものである。

エステルを構成する1価アルコール及び多価アルコールの例としては、前記基油としてのエステルの説明において例示した1価アルコール及び多価アルコールと同じものを挙げることができる。更に好ましいものについても同じである。またエステルを構成する一塩基酸および多塩基酸の例も前記基油としてのエステルの説明において例示した一塩基酸および多塩基酸と同じものを挙げができる。更に好ましいものについても同じである。

またアルコールとカルボン酸との組み合わせとしては、任意の組み合わせが可能であり、特に限定されるものではないが、例えば、下記の組み合わせを挙げることができる。

- ①…価アルコールと一塩基酸とのエステル
- ②多価アルコールと一塩基酸とのエステル
- ③一価アルコールと多塩基酸とのエステル
- ④多価アルコールと多塩基酸とのエステル
- ⑤一価アルコール、多価アルコールとの混合物と多塩基酸との混合エス  
テル
- ⑥多価アルコールと一塩基酸、多塩基酸との混合物との混合エステル
- ⑦一価アルコール、多価アルコールとの混合物と一塩基酸、多塩基酸と  
の混合エステル

なお、アルコール成分として多価アルコールを用いた場合、多価アルコール中の水酸基全てがエステル化された完全エステルでも良く、あるいは水酸基の一部がエステル化されず水酸基のままで残っている部分エステルでも良い。また、カルボン酸成分として多塩基酸を用いた場合、多塩基酸中のカルボキシル基全てがエステル化された完全エステルでも良く、あるいはカルボキシル基の一部がエステル化されずカルボキシル基のままで残っている部分エステルであっても良い。

油性剤としてのエステルの合計炭素数には特に制限はないが、潤滑性及び加工性の向上効果を得るために、合計炭素数が7以上のエステルが好ましく、9以上のエステルが更に好ましく、11以上のエステルが最も好ましい。またステインや腐食の発生を増大させないために、合計炭素数が26以下のエステルが好ましく、24以下のエステルが更に好ましく、22以下のエステルが最も好ましい。

油性剤としては、上記各種油性剤の中から選ばれる1種のみを用いても良く、また2種以上の混合物を用いても良い。

油性剤の油剤中の含有量は特に制限はないが、高い潤滑性及び加工性を得るために、組成物全量基準（油性剤の合計量として）で、0.1質量%以上であることが好ましく、更に好ましくは0.2質量%以上、最も好ましくは0.5質量%以上である。またステインや腐食の発生を増大させないために、油剤の含有量の上限値は50質量%以下であることが好ましく、更に好ましくは30質量%以下、更に好ましくは20質量%以下、最も好ましくは15質量%以下である。

本発明の油剤組成物は酸化防止剤を含有していることが好ましい。酸化防止剤の添加により油剤変質によるべたつきを抑制することができる。使用できる酸化防止剤としては、潤滑剤用として、あるいは食品添加物として使用されているものが含まれ、例えば、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(DBPC)、4,4'-メチレンビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、4,4'-ビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(6-tert-ブチル-o-クレゾール)、アスコルビン酸(ビタミンC)、アスコルビン酸の脂肪酸エステル、トコフェロール(ビタミンE)、3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、2-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、3-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、1,2-ジハイドロ-6-エトキシ-2,2,4-トリメチルキノリン(エトキシキン)、2-(1,1-ジメチル)-1,4-ベンゼンジオール(TBHQ)、2,4,5-トリヒドロキシブチロフェノン(THBP)を挙げることができる。

これらの中では、アスコルビン酸(ビタミンC)、アスコルビン酸の脂肪酸エステル、トコフェロール(ビタミンE)、2, 6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(DBPC)、3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、2-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、3-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、1, 2-ジハイドロ-6-エトキシ-2, 2, 4-トリメチルキノリン(エトキシキン)、2-(1, 1-ジメチル)-1, 4-ベンゼンジオール(TBHQ)、又は2, 4, 5-トリヒドロキシブチロフェノン(THBP)であることが好ましく、更に好ましくは、アスコルビン酸(ビタミンC)、アスコルビン酸の脂肪酸エステル、トコフェロール(ビタミンE)、2, 6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(DBPC)、又は3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソールである。

酸化防止剤の含有量は特に制限はないが、良好なべたつき防止性を維持させるためにその含有量は、組成物全量基準で0.01質量%以上が好ましく、更に好ましくは0.05質量%以上、最も好ましくは0.1質量%以上である。一方それ以上添加しても効果の向上が期待できることからその含有量は10質量%以下であることが好ましく、更に好ましくは5質量%以下であり、最も好ましくは3質量%以下である。

本発明の油剤組成物は基油としてのエステルを含有するものであるが、上記油性剤及び/又は酸化防止剤を含有させることができる。そして更に所望により切削・研削油として従来公知の基油及び上記酸化防止剤以外の添加剤を含有させることができる。

基油は、鉱油でも合成油(但し、エステルは除く)でも良い。鉱油としては、例えば、原油を常圧蒸留及び減圧蒸留して得られた潤滑油留分を、溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理等の精製処理を適宜組み合わせて精製したパラフィン系、ナフテン系等の油を挙げることができる。また合成油としては、例えば、ポリ- $\alpha$ -オレフィン(ポ

リブテン、1-オクтенオリゴマー、1-デセンオリゴマー等)、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン、ポリオキシアルキレングリコール、ポリフェニルエーテル等が使用できる。これらの基油を用いる場合の配合量は特に制限はないが、組成物全量基準で90質量%以下であることが好ましく、70質量%以下であることがより好ましく、50質量%以下であることが特に好ましい。本発明では、生分解性の点から基油をエステル成分のみ(100質量%)で構成することが好ましい。

従来公知の添加剤としては、例えば、塩素系、硫黄系、りん系、有機金属系の極圧添加剤；ジエチレングリコールモノアルキルエーテル等の潤滑剤；アクリルポリマー、パラフィンワックス、マイクロワックス、スラックワックス、ポリオレフィンワックス等の造膜剤；脂肪酸アミン塩等の水置換剤；グラファイト、フッ化黒鉛、二硫化モリブデン、窒化ホウ素、ポリエチレン粉末等の固体潤滑剤；アミン、アルカノールアミン、アミド、カルボン酸、カルボン酸塩、スルホン酸塩、リン酸、リン酸塩等の腐食防止剤；ベンゾトリアゾール、チアジアゾール等の金属不活性化剤；メチルシリコーン、フルオロシリコーン、ポリアクリレート等の消泡剤；アルケニルコハク酸イミド、ベンジルアミン、ポリアルケニルアミンアミノアミド等の無灰分散剤；等が挙げられる。これらの公知の添加剤を併用する場合の含有量は特に制限はないが、これらの公知の添加剤の合計含有量が組成物全量基準で0.1～10質量%となるような量で添加するのが一般的である。

本発明の油剤組成物の動粘度については特に制限はないが、加工箇所への供給のしやすさの点から、40°Cにおける動粘度の上限値は200mm<sup>2</sup>/sであることが好ましく、更に好ましくは100mm<sup>2</sup>/sであり、更に好ましくは75mm<sup>2</sup>/sであり、最も好ましくは50mm<sup>2</sup>/sである。一方その下限値は、1mm<sup>2</sup>/sであることが好ましく、更に好ましくは3mm<sup>2</sup>/sであり、最も好ましくは5mm<sup>2</sup>/sである。

### [発明を実施するための最良の形態]

以下、実施例と比較例により、本発明の内容を更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。

### [実施例 1] 及び [比較例 1 ~ 3]

本発明に係る油剤組成物（実施例 1）及び比較のための各種の油剤組成物（比較例 1、2）として以下のものを用いた。

実施例 1：トリメチロールプロパンと、 $n-C_6$ の酸、 $n-C_8$ の酸、及び $n-C_{10}$ の酸の混合物（混合モル比 7 : 59 : 34）とのエステル（40°C動粘度 19.1 cSt）

比較例 1：市販水溶性切削油原液（比重 1.04、不揮発分 30 質量%）を 2 容量% に希釀したもの（表面張力 36 mN/m、pH = 8.6）

比較例 2：市販不水溶性切削油（40°C動粘度 7.1 cSt、塩素分 3.6 質量%）

上記各種の油剤組成物の試料油を用いて、旋削加工を行い、以下に示すような（1）工具くい面の摩擦係数、（2）工具逃げ面の摩耗幅、及び（3）切削面の最大表面粗さを測定した。その結果を表 1 に示した。なお、比較例 1 の場合については、直接加工箇所に吹きつけて供給し、その他のものは以下のように極微量の油剤を大量の空気と共に加工箇所に供給した。また、比較例 3 として油剤なしの場合（空気のみを吹き付けた場合）についても上記の測定を行った。また、参考までに使用した各種の試料油の廃液処理の際の環境への影響の度合いを表 1 に併記した。

### [極微量油剤供給方法]

高速軸受潤滑において使用されるオイルエア潤滑ユニットを使用し、オイルタンクから一定量の油剤を送り出すミキシングバルブをタイマーによって一定間隔

(1 min / shot) で作動させ、油剤を圧縮空気が流れる供給管に吐出させ、空気と混合して供給管から切刃先端に供給した。なお、油剤吐出空気圧は 0.4 MPa、圧縮空気圧は 0.6 MPa で行った。

#### (1) 試験 1 (工具すくい面の摩擦係数)

下記条件により旋削加工を行い、開始から 1 秒経過後の工具すくい面の摩擦係数を測定した。

##### 旋削条件

- ・被加工材：S 45C (炭素鋼)
- ・工具材質：超鋼 (P 20 材)
- ・切削速度：125 m/min
- ・送り：0.125 mm/rev
- ・切り込み：1.5 mm

#### (2) 試験 2 (工具の逃げ面の摩耗幅)

下記条件により旋削加工を行い、開始から 200 秒経過後の工具の逃げ面の摩耗幅 (mm) を測定した。

##### 旋削条件

- ・被加工材：SNCM439 (合金鋼)
- ・工具材質：超鋼 (P 20 材)
- ・切削速度：250 m/min
- ・送り：0.25 mm/rev
- ・切り込み：1.0 mm

#### (3) 試験 3 (切削面の最大表面粗さ)

下記条件により旋削加工を行い、開始から 150 秒経過後の切削面の最大表面粗さ ( $\mu\text{m}$ ) を測定した。

##### 旋削条件

- ・被加工材：SNCM439(合金鋼)
- ・工具材質：超鋼(P20材)
- ・切削速度：250m/min
- ・送り：0.25mm/rev
- ・切り込み：1.0mm

表1

	実施例1	比較例1	比較例2	比較例3
供給量(ml/min)	0.03	4270	0.03	0
試験1	1.06	1.12	1.04	1.10
試験2(mm)	0.26	0.25	0.35	0.42
試験3(μm)	13	14	18	23
環境への影響	小	大	大	—

表1の結果からも明らかなどおり、本発明に係る実施例の油剤組成物は、環境への影響が少なく、微量でも、被加工物の表面状態が良好なものとなり、かつ工具の摩耗性も向上し、工具の寿命延長を図ることができる。

これに対して、市販の水溶性切削油を用いた比較例1は、環境への影響が大きく、かつ工具の摩耗性が悪い。市販の不水溶性切削油を用いた比較例2は、環境への影響が大きく、被加工物の切削面の状態が悪く、かつ工具の摩耗性も悪い。油剤を用いなかった比較例3は、被加工物の切削面の状態が悪く、かつ工具の摩耗性も悪い。

### [実施例2～9]

下記の合成エステル及び／又は天然油脂を用いて下記の表2に示す各種の油剤組成物を調製し、べたつき性の評価及びタッピング試験による潤滑性の評価を行った。その評価結果を表2に示す。なお、タッピング試験では、油剤組成物を用いることなく空気のみを吹き付けた場合の例を比較例4として評価し、その評価結果を表2に併記した。

(合成エステル)

- a : トリメチロールプロパンと、n-C<sub>6</sub>の酸、n-C<sub>8</sub>の酸、及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物（混合モル比7：59：34）とのトリエステル
- b : ベンタエリスリトールとn-C<sub>8</sub>の酸とのテトラエステル
- c : トリメチロールプロパンとn-C<sub>8</sub>の酸及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物（混合モル比40：60）とのテトラエステル
- d : トリメチロールプロパンとn-C<sub>10</sub>の酸とのジエステル
- e : ベンタエリスリトールとn-C<sub>5</sub>の酸とのジエステル

(天然油脂)

- α : 市販のバーム核油
- β : 市販のラード油
- γ : 市販の菜種油

[べたつき性の評価]

アルミニウム(100mm×70mm)上に油剤組成物を5ml入れ、70°Cの恒温槽に336時間静置後、油剤組成物付着部分のべたつきの程度を5段階にて指触判断した。またGPCにて試験前後の質量平均分子量を測定し、変化率を求めた。

べたつき性の5段階評価は下記の通りである。

- A : べたつきは全くない。
- B : べたつきが全くないか、あっても極わずかである。
- C : べたつきがわずかにある。
- D : べたつきがある。
- E : べたつきが非常にある。

[潤滑性の評価(タッピング試験)]

各油剤組成物及び比較標準油(DIDA:アジピン酸ジイソデシル)を交互に用いて、下記の条件によりタッピング試験を行った。それぞれの場合のタッピ

グエネルギーを測定し、下記の式により、タッピングエネルギー効率（%）を算出した。タッピングエネルギー効率%の値が高い程、潤滑性が高いことを示す。

タッピングエネルギー効率（%） = (D I D A を用いた場合のタッピングエネルギー) / (油剤組成物を用いた場合のタッピングエネルギー)

#### タッピング条件

- ・工具：ナットタップM 8 ( $P = 1.25 \text{ mm}$ )
- ・下穴径： $\phi 7.2 \text{ mm}$
- ・ワーク：S 25 C ( $t = 10 \text{ mm}$ )
- ・切削速度： $9.0 \text{ m/min}$

#### 油剤供給方式

- ・各油剤組成物：圧縮空気 $0.2 \text{ MPa}$ 、油剤組成物 $25 \text{ mL/h}$ の条件下吹き付け
- ・D I D A：圧縮空気を用いることなく、直接加工部位に $4.3 \text{ mL/min}$ の条件下吹き付け

表2

	油剤組成物	沃素価	臭素価 gBr./100g	水酸基価 mgKOH/g	ケン化価 mgKOH/g	べたつき性の 評価	Mn 変化率%	タッピング エネルギー 効率%
実施例 2	a	0.2	0.1	2	340	A	0	94
実施例 3	b	1	1	0.5	351	A	0.1	91
実施例 4	c	18	12	3	255	A	0.2	95
実施例 5	a/γ = 1:1	54	34	2	261	B	2.5	93
実施例 6	α	20	14	1	245	A	0.5	92
実施例 7	β	60	38	4	198	C	5.5	96
実施例 8	d	2	3	130	262	A	0.3	99
実施例 9	e	1	1	363	370	A	0.7	84
比較例 4	空気のみ	-	-	-	-	-	-	80

注1) Mn変化率%は、質量平均分子量変化率%を表す。

注2) 実施例5の油剤組成物(a/γ)は、質量化による混合物である。

表2の結果から、沃素価及び臭素価の値がそれぞれ0～80、0～50 g Br<sub>2</sub>/100 gの範囲にあるエステルを含む油剤組成物は低いべたつき性を示していることがわかる。又これらのエステルを含む油剤組成物は、特にその水酸基価が0.01～300 mg KOH/gの範囲にある場合に良好な潤滑性をも兼ね備えていることがわかる。

### [実施例10～20]

下記の合成エステル及び／又は天然油脂を用いて下記の表3に示す各種の油剤組成物を調製し、タッピング試験による潤滑性の評価及びべたつき性の評価を行った。その評価結果を表3に示す。なお、タッピング試験では、油剤組成物を用いることなく空気のみを吹き付けた場合の例を比較例5として評価し、その評価結果を表3に併記した。

#### (合成エステル)

- a : トリメチロールプロパンと、n-C<sub>6</sub>の酸、n-C<sub>8</sub>の酸、及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物（混合モル比7：59：34）とのトリエステル
- b : ベンタエリスリトールとn-C<sub>8</sub>の酸とのテトラエステル
- c : トリメチロールプロパンとn-C<sub>8</sub>の酸及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物（混合モル比40：60）とのテトラエステル
- d : トリメチロールプロパンとn-C<sub>10</sub>の酸とのジエステル
- f : ネオベンチルグリコールとオレイン酸とのジエステル
- g : ベンタエリスリトールとオレイン酸とのテトラエステル
- h : グリセリンとオレイン酸とのモノエステル（水酸基価315 mg KOH/g、ケン化価157 mg KOH/g、沃素価72、臭素価45 g Br<sub>2</sub>/100 g）

#### (天然油脂)

- $\alpha$  : 市販のパーム核油
- $\beta$  : 市販のラード油
- $\gamma$  : 市販の菜種油
- $\delta$  : 市販のハイオレイックサンフラワー油

### [潤滑性の評価（タッピング試験）]

各油剤組成物及び比較標準油（DIDA：アジピン酸ジイソデシル）を交互に用いて、下記の条件によりタッピング試験を行った。それぞれの場合のタッピングエネルギーを測定し、下記の式により、タッピングエネルギー効率（%）を算出した。タッピングエネルギー効率%の値が高い程、潤滑性が高いことを示す。

$$\text{タッピングエネルギー効率（%）} = (\text{DIDAを用いた場合のタッピングエネルギー}) / (\text{油剤組成物を用いた場合のタッピングエネルギー})$$

#### タッピング条件

- ・工具：ナットタップM8 ( $P = 1.25\text{ mm}$ )
- ・下穴径： $\phi 6.8\text{ mm}$
- ・ワーク：S25C ( $t = 10\text{ mm}$ )
- ・切削速度： $9.0\text{ m/min}$

#### 油剤供給方式

- ・各油剤組成物：圧縮空気 $0.2\text{ MPa}$ 、油剤組成物 $25\text{ mL/h}$ の条件下吹き付け
- ・DIDA：圧縮空気を用いることなく、直接加工部位に $4.3\text{ mL/min}$ の条件下吹き付け

### [べたつき性の評価]

アルミニウム（ $100\text{ mm} \times 70\text{ mm}$ ）上に油剤組成物を $5\text{ mL}$ 入れ、 $70^\circ\text{C}$ の恒温槽に $168$ 時間静置後、油剤組成物付着部分のべたつきの程度を $5$ 段階にて指触判断した。またGPCにて試験前後の質量平均分子量を測定し、変化率を求めた。

べたつき性の $5$ 段階評価は下記の通りである。

- A：べたつきは全くない。
- B：べたつきが全くないか、あっても極わずかである。
- C：べたつきがわずかにある。
- D：べたつきがある。
- E：べたつきが非常にある。

表3

	油剤組成物	水酸基価 mgKOH/g	ケン化価 mgKOH/g	沃素価 gBr <sub>2</sub> /100g	臭素価 gBr <sub>2</sub> /100g	タッピング エネルギー 効率%	べたつき性 の評価	Mn 変化率%
実施例10	a	2	340	0.2	0.1	90	A	0
実施例11	b	0.5	351	1	1	89	A	0
実施例12	c	3	255	18	12	92	A	0.2
実施例13	a/γ=1:1	2	261	54	34	90	B	2.1
実施例14	α	1	245	20	14	89	A	0.3
実施例15	β	4	198	60	38	93	B	2.9
実施例16	f	3	177	85	55	93	B	3.8
実施例17	δ	1	190	87	57	90	B	4.2
実施例18	d	130	262	2	3	95	A	0.5
実施例19	g	1	188	84	55	90	B	4.9
実施例20	a/h=9:1	35	348	11	8	95	A	0.3
比較例5	空気のみ	-	-	-	-	74	-	-

注3) Mn変化率%は、質量平均分子量変化率%を表す。

注4) 実施例13及び実施例20の油剤組成物(a/γ、a/h)は、質量比による混合物である。

表3の結果から、水酸基価が0.01～300mgKOH/gのエステルを含有する油剤組成物は高い潤滑性能を示していることがわかる。また沃素価0～80及び臭素価0～50gBr<sub>2</sub>/100gのエステルを含む油剤組成物は低いべたつき性をも兼ね備えていることがわかる。実施例20のように二種類からなるエステル混合物として油剤組成物を構成した場合でも0.01～300mgKOH/gの範囲の水酸基価に調整された油剤組成物は高い潤滑性能を示している。

#### [実施例21～40]及び[参考例1～2]

下記の基油としてのエステルと、油性剤、そして酸化防止剤を用いて下記の表4及び表5に示す各種の油剤組成物を調製した。そしてタッピング試験による潤滑性の評価及びべたつき性の評価を行った。その評価結果を表4及び表5に示す。

表4は、基油として合成エステルaを用いた場合の実施例21～40及び参考例1を示す。参考例1は、合成エステルaのみからなる油剤組成物である。

表5は、基油として天然油脂（エステル） $\alpha$ を用いた場合の実施例21～40及び参考例2を示す。参考例2は、天然油脂のみからなる油剤組成物である。

なお、油剤組成物を用いることなく空気のみを吹き付けた場合の例を比較例6として評価し、その評価結果を表4に併記した。

#### [潤滑性の評価（タッピング試験）]

各油剤組成物及び比較標準油（DIDA：アジピン酸ジイソデシル）を交互に用いて、下記の条件によりタッピング試験を行った。それぞれの場合のタッピングエネルギーを測定し、下記の式により、タッピングエネルギー効率（%）を算出した。タッピングエネルギー効率%の値が高い程、潤滑性が高いことを示す。

タッピングエネルギー効率（%） = (DIDAを用いた場合のタッピングエネルギー) / (油剤組成物を用いた場合のタッピングエネルギー)

#### タッピング条件

- ・工具：ナットタップM8 (P=1.25mm)

- ・下穴径 :  $\phi$  6.8 mm
- ・ワーク : S 25 C ( $t = 10$  mm)
- ・切削速度 : 9.0 m/分

#### 油剤供給方式

- ・各油剤組成物 : 圧縮空気 0.2 MPa、油剤組成物 25 ml/h の条件で吹き付け
- ・DIDA : 圧縮空気を用いることなく、直接加工部位に 4.3 mL/min の条件で吹き付け

#### [べたつき性の評価]

アルミニウム (100 mm × 70 mm) 上に油剤組成物を 5 ml 入れ、70°C の恒温槽に 168 時間静置後、油剤組成物付着部分のべたつきの程度を 5 段階にて指触判断した。また GPC にて試験前後の質量平均分子量を測定し、変化率を求めた。

べたつき性の 5 段階評価は下記の通りである。

- A : べたつきは全くない。
- B : べたつきが全くないか、あっても極わずかである。
- C : べたつきがわずかにある。
- D : べたつきがある。
- E : べたつきが非常にある。

表4

基油として合成エステル $\alpha$ （注5）を用いた場合

種類	油性剤 (質量%)	添加量 (質量%)	酸化防止剤 添加量 (質量%)	ダッピング エネルギー 効率%	べたつき性の 評価	Mn 変化率% (注6)
実施例 21 n-ドデカノール	1.0	—	—	1.04	A	0.1
実施例 22 オレイアルコール	1.0	—	—	1.01	A	1.8
実施例 23 硫化オレイン酸	5	—	—	9.8	A	1.7
実施例 24 オレイン酸	1.0	—	—	1.06	B	2.3
実施例 25 ポリブロビレンゲリコールモノブチルエーテル	1.0	—	—	9.9	A	0.1
実施例 26 2,2-ジヒドロキシナフタレン	0.1	—	—	9.9	A	0
実施例 27 2,3-ジヒドロキシナフタレン	1	—	—	1.05	A	0
実施例 28 p-t-ブチルカテコール	1	—	—	1.03	A	0.1
実施例 29 n-ドデカノール	1.0	ビタミンE(1)	1.03	A	0.1	
実施例 30 n-ドデカノール	1.0	DBPC(1)	1.01	A	0.1	
参考例 1(注7)	—	—	—	9.0	A	0
比較例 6(注8)	—	—	—	7.4	—	—

注5) 合成エステル $\alpha$ ：トリメチロールプロパンと、n-C<sub>6</sub>の酸、及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物（混合モル比7:5.9:3.4）とのトリエステル（沃素価：0.2、臭素価：0.1gBr<sub>2</sub>/100g、水酸基価：2mgKOH/g、ケン化値：

340mgKOH/g）

注6) Mn変化率%は、質量平均分子量変化率%を表す。

注7) 参考例1は、合成エステル $\alpha$ のみからなる油剤組成物の例である。

注8) 比較例6は、油剤組成物を川いることなく、空気のみを吹き付けた場合の例である。

表 5

基油として天然油脂γ(注9)を用いた場合

	油性剤 種類	添加量 (質量%)	酸化防止剤 添加量 (質量%)	タッピング エネルギー 効率%	べたつき 性の評価	Mn 変化率% (注10)
実施例 31	ヒードテカノール	1 0	—	1 0 4	B	4 . 1
実施例 32	オレイルアルコール	1 0	—	1 0 3	C	8 . 2
実施例 33	硫化オレイン酸	5	—	1 0 1	C	8 . 8
実施例 34	オレイン酸	1 0	—	1 0 1	C	9 . 1
実施例 35	ポリブロビレングリコールモノブチルエーテル	1 0	—	9 8	B	4 . 8
実施例 36	2,2-ジヒドロキシナフタレン	0 . 1	—	9 8	B	4 . 5
実施例 37	2,3-ジヒドロキシナフタレン	1	—	1 0 4	B	3 . 7
実施例 38	p-ヒドロカルボール	1	—	1 0 2	B	3 . 9
実施例 39	ヒードテカノール	1 0	ビタミンE(1)	1 0 2	A	1 . 2
実施例 40	ヒードテカノール	1 0	DBPC(1)	1 0 2	A	1 . 7
参考例 2(注11)	—	—	—	9 2	C	7 . 9
比較例 6(注12)	—	—	—	7 4	—	—

注9) 天然油脂γ：市販の菜種油(沃素価：114、臭素価：73g Br<sub>2</sub>/100g、水酸基価：3mg KOH/g、ケン化価：173mg KOH/g)

注10) Mn変化率%は、質量平均分子量変化率%を表す。

注11) 参考例2は、天然油脂γのみからなる油剤組成物の例である。

注12) 比較例6は、油剤組成物を用いることなく、空気のみを吹き付けた場合の例である。

表4及び表5の結果から、参考例1及び2に見られるように、エステル（表4の合成エステル、表5の天然油脂）のみからなる油剤組成物に比べて、基油としてこれらのエステルに油性剤を含有させた本発明の油剤組成物（実施例21～40）は高い潤滑性、低いべたつき性を示している。更にこれらの油剤組成物に酸化防止剤を含有させた実施例39及び40の場合には、更にべたつき性が低下することがわかる。

#### [実施例41～56]及び[参考例3]

基油としてのエステルγ（天然油脂）又はエステルa（合成）と酸化防止剤を用いて下記の表6に示す各種の油剤組成物を調製した。そしてべたつき性の評価を行った。その評価結果を表6に示す。なお、基油としてのエステルγ（天然油脂）のみからなる油剤についても同様に評価し、その評価結果を表6に併記した。

#### [べたつき性の評価]

アルミ皿（100mm×70mm）上に油剤組成物を5ml入れ、70°Cの恒温槽に1ヶ月間静置後、油剤組成物付着部分のべたつきの程度を5段階にて指触判断した。またGPCにて試験前後の質量平均分子量を測定し、変化率を求めた。

べたつき性の5段階評価は下記の通りである。

- A：べたつきは全くない。
- B：べたつきが全くないか、あっても極わずかである。
- C：べたつきがわずかにある。
- D：べたつきがある。
- E：べたつきが非常にある。

表6

	基油	酸化防止剤 種類	添加量 (質量%)	べたつき性の評価	Mn 変化率%(注17)
実施例41	γ(注13)	DBPC	0.1	C	6.8
実施例42	γ	DBPC	1	B	4.1
実施例43	γ	DBPC	10	A	0.8
実施例44	γ	2,6-ジ- <i>t</i> -ブチル-4-ヒドロキシアニソール	0.1	C	8.2
実施例45	γ	2,6-ジ- <i>t</i> -ブチル-5-ヒドロキシアニソール	1	A	1.1
実施例46	γ	ビタミンC	0.1	C	7.5
実施例47	γ	ビタミンC	1	A	1.9
実施例48	γ	アスコルビン酸の脂肪酸エステル	0.1	C	6.8
実施例49	γ	アスコルビン酸の脂肪酸エステル	1	A	1.4
実施例50	γ	ビタミンE	0.1	C	7.1
実施例51	γ	ビタミンE	1	A	0.9
実施例52	a(注14)	ビタミンE	10	A	0.5
実施例53	a	DBPC	0.1	A	0.3
実施例54	a	DBPC	1	A	0.2
実施例55	a	ビタミンE	0.1	A	0.3
実施例56	a	ビタミンE	1	A	0.1
実施例57	a/h(注15) =9/1 (混合質量比)	ビタミンE	0.1	A	1.4
実施例58	a/h(注15) =9/1 (混合質量比)	ビタミンE	1	A	0.5
参考例3(注16)	γ	—	—	E	75.1

注13) γ(天然油脂): 市販の菜種油(沃素価: 114、臭素価: 73 g Br<sub>2</sub>/100 g、水酸基価: 3 mg KOH/g、ケン化価: 173 mg KOH/g)

注14) a(合成エステル): トリメチロールプロパンと、n-C<sub>6</sub>の酸、n-C<sub>8</sub>の酸、及びn-C<sub>10</sub>の酸の混合物(混合モル比7:59:34)とのトリエステル(沃素価: 0.2、臭素価: 0.1 g Br<sub>2</sub>/100 g、水酸基価: 2 mg KOH/g、ケン化価: 340 mg KOH/g)

注15) h(合成エステル): グリセリンとオレイン酸とのモノエステル(沃素価: 72、臭素価: 45 g Br<sub>2</sub>/100 g、水酸基価: 315 mg KOH/g、ケン化価: 157 mg KOH/g)

注16) 参考例3は、天然油脂γのみからなる油剤組成物の例である。

注17) Mn変化率%は、質量平均分子量変化率%を表す。

表6の結果から、基油としてのエステルに酸化防止剤を含むさせた油剤組成物(実施例41~58)は、参考例3の基油としてのエステルのみからなる油剤組成物に比べて更にべたつきにくくなることがわかる。

#### [産業上の利用可能性]

エステルを基油として用いることで、切削・研削箇所に微量の油剤組成物を流体(例えば空気)とともに供給する極微量油剤供給方式の切削・研削加工に適した油剤組成物を提供することができる。特に沃素価及び/又は臭素価の値が特定の範囲にあるエステルを用いることで油剤のべたつき性を改善できるため、油剤の付着した工具などの取り扱い性やそれによる作業性の悪化を回避することができる。また特定の水酸基価及び/又はケン化価のエステルを用いることにより、潤滑性の高い油剤組成物を得ることができ、従って切削・研削加工を効率良く行うことが可能になる。

また、基油としてのエステルに更に油性剤を含むさせることで、潤滑性の更に高い油剤を得ることができる。この場合、特定の水酸基価及び/又はケン化価のエステルを用いることにより潤滑性を更に改良することができ、更に特定の沃素

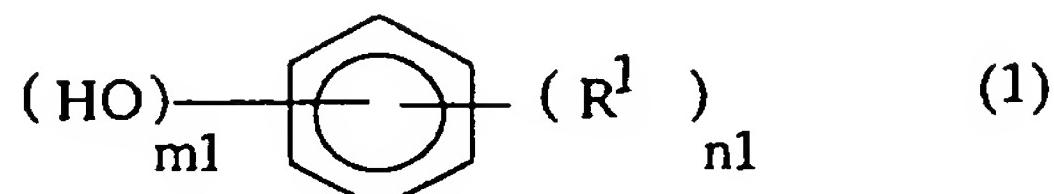
価及び/又は臭素価のエステルを用いた場合には、潤滑性と共にべたつき性をも更に改善できる。

更にまた基油としてのエステルに酸化防止剤を添加した場合には、よりべたつきにくくなる。この場合、油性剤を併用した場合には、潤滑性、べたつき性が共に改善された油剤を得ることができる。そしてこのような場合に上記の特定の水酸基価、ケン化価、そして沃素価、臭素価を有するエステルを用いることで特に良好な潤滑性、そしてべたつき性の低い油剤を得ることができる。

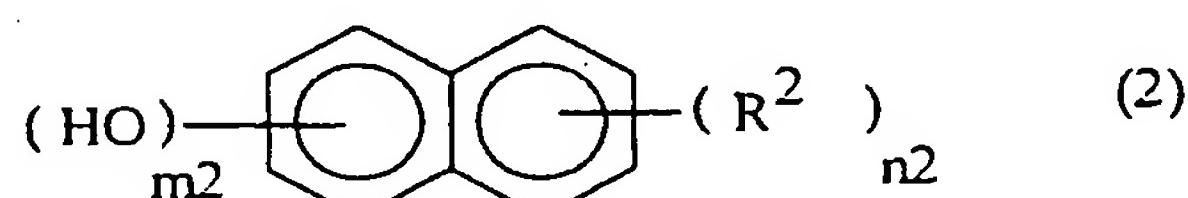
## 請求の範囲

1. エステルを含有してなる極微量油剤供給式切削・研削加工用油剤組成物。
2. エステルの沃素価が0～80である請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
3. エステルの臭素価が0～50 g Br<sub>2</sub>/100 gである請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
4. エステルの水酸基価が0.01～300 mg KOH/gである請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
5. エステルのケン化価が100～500 mg KOH/gである請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
6. エステルが合成エステルである請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
7. エステルが2～10%の多価アルコールと炭素数2～24の脂肪酸とのエステルである請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
8. エステルが組成物中に組成物全量基準で10質量%以上含有されている請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
9. 更に油性剤を含有してなる請求の範囲第1項に記載の油剤組成物。
10. 油性剤が、(A) アルコール、(B) カルボン酸、(C) 不飽和カルボン酸の硫化物、(D) 下記一般式(1)で表される化合物、(E) 下記一般式(2)で表される化合物、(F) ポリオキシアルキレン化合物、および(G) エステルから

なる群より選ばれる少なくとも一種の化合物である請求の範囲第9項に記載の油剤組成物。



(一般式(1)において、R<sup>1</sup>は炭素数1～30の炭化水素基を表し、m1は1～6の整数を表し、n1は0～5の整数を表す。)



(一般式(2)において、R<sup>2</sup>は炭素数1～30の炭化水素基を表し、m2は1～6の整数を表し、n2は0～5の整数を表す。)

11. 油性剤が、組成物中に組成物全量基準で0.1～50質量%含有されている請求の範囲第9項に記載の油剤組成物。

12. 更に酸化防止剤を含有する請求の範囲第1項又は第9項に記載の油剤組成物。

13. 酸化防止剤が、アスコルビン酸(ビタミンC)、アスコルビン酸の脂肪酸エステル、トコフェロール(ビタミンE)、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(DBPC)、3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、2-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、3-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソール、1,2-ジハイドロ-6-エトキシ-2,2,4-トリメチルキノリン(エトキシキン)、2-(1,1-ジメチル)-1,4-ベンゼンジオール(TBHQ)、及び2,4,5-トリヒドロキシブチロフェノン(THBP)から

なる群より選ばれる少なくとも一種の化合物である請求の範囲第12項に記載の油剤組成物。

14. 酸化防止剤が、アスコルビン酸(ビタミンC)、アスコルビン酸の脂肪酸エステル、トコフェロール(ビタミンE)、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(DBPC)、及び3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシアニソールからなる群より選ばれる少なくとも一種の化合物である請求の範囲第12項に記載の組成物。

15. 酸化防止剤が、組成物中に組成物全量基準で0.01~10質量%含有されている請求の範囲第12項に記載の油剤組成物。

16. 0.001ミリリットル/分~1ミリリットル/分の範囲の極微量の油剤を圧縮流体と共に切削・研削部分に供給しながら、切削・研削を行う極微量油剤供給式切削・研削方法であって、エステルを基油として含有する油剤を用いることを特徴とする切削・研削方法。

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP00/06978

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

Int.Cl<sup>7</sup> C10M105/32, C10M129/04, C10M129/26,  
C10M135/06, C10M145/24//C10N10:00-C10N80:00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C10M101/00-C10M177/00, C10N10:00-C10N80:00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
WPI (DIALOG)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	JP, 2000-73079, A (New Japan Chem. Co., Ltd.), 07 March, 2000 (07.03.00), Claims; Par. Nos. [0001], [0012] - [0020] (Family: none)	1-11,16
P, X	JP, 2000-73078, A (New Japan Chem. Co., Ltd.), 07 March, 2000 (07.03.00) Claims; Par. Nos. [0001], [0013] - [0021] (Family: none)	1-11,16
P, X	JP, 2000-160184, A (Kyodo Yushi Co., Ltd.), 13 June, 2000 (13.06.00), Claims; Par. Nos. [0010] - [0011]; Table 1; Par. No. [0019] (Family: none)	1-12,15
X Y	US, 3877130, A (Yushiro Chem. Ind. Co., Ltd.), 02 March, 1999 (02.03.99), Claims; Column 1, lines 15-26; Column 2, line 63 to Column 3, line 6; Table 1 Column 10, lines 25-30 & JP, 6-330076, A	1-9,12 10-11,13-15

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

"A" Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
25 December, 2000 (25.12.00)

Date of mailing of the international search report  
16 January, 2001 (16.01.01)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/06978

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 8-208814, A (Dainippon Ink & Chem. Inc.), 13 august, 1996 (13.08.96), Claims; Par. Nos. [0001], [0016]-[0019] (Family: none)	1-8, 12
Y		9-11, 13-15
Y	JP, 10-292187, A (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 04 November, 1998 (04.11.98), Claims; Par. Nos. [0008]-[0011] (Family: none)	2-4
Y	JP, 10-279978, A (Nippon Paper Ind. Co., Ltd.), 20 October, 1998 (20.10.98), Claims; [0001], [0039], (Family: none)	13-14
Y	JP, 9-263783, A (Nippon Oil Co., Ltd.), 07 October, 1997 (07.10.97), Claims; Par. No. [0001]; page 2, lower right column, the 5 <sup>th</sup> line from the bottom to page 3, left column, line 11; page 8, left column, lines 20-29 (Family: none)	13-14
A	JP, 11-246881, A (Dynatec K.K.), 14 September, 1999 (14.09.99), entire description (Family: none)	1-16
A	JP, 10-324887, A (Kyodo Yushi K.K.), 08 December, 1998 (08.12.98), entire description (Family: none)	1-16

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP00/06978

## A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int C1' C10M105/32, C10M129/04, C10M129/26,  
C10M135/06, C10M145/24//C10N10:00-C10N80:00

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int C1' C10M101/00-C10M177/00, C10N10:00-C10N80:00

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922年-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971年-2000年  
日本国登録実用新案公報 1994年-2000年  
日本国実用新案登録公報 1996年-2000年

## 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

WP I (DIALOG)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P, X	JP, 2000-73079, A (新日本理化株式会社), 7. 3月. 2000 (07. 03. 00), 特許請求の範囲、【0001】、【0012】-【0020】(ファミリーなし)	1-11. 16
P, X	JP, 2000-73078, A (新日本理化株式会社), 7. 3月. 2000 (07. 03. 00), 特許請求の範囲、【0001】、【0013】-【0021】(ファミリーなし)	1-11. 16
P, X	JP, 2000-160184, A (協同油脂株式会社), 13. 6月. 2000 (13. 06. 00), 特許請求の範囲、【0010】-【0011】、表1、【0019】(ファミリーなし)	1-12. 15

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

25. 12. 00

## 国際調査報告の発送日

16.01.01

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

## 特許庁審査官（権限のある職員）

田中 東井一良

4V 9636



電話番号 03-3581-1101 内線 3483

## C(続き) 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	U.S. 3 877 130, A (ユシロ化学工業株式会社), 2. Mar. 1999 (02. 03. 00), Claims、1欄15-26行、2欄63行-3欄6行、TABLE 1, 10欄25-30行 & JP. 6-330076, A	1-9, 12
Y		10-11, 13-15
X	JP. 8-208814, A (大日本インキ化学工業株式会社), 13. 8月. 1996 (13. 08. 96), 特許請求の範囲、【0001】、【0016】-【0019】(ファミリーなし)	1-8, 12
Y		9-11, 13-15
Y	JP. 10-292187, A (出光興産株式会社), 4. 11月. 1998 (04. 11. 98), 特許請求の範囲、【0008】-【0011】(ファミリーなし)	2-4
Y	JP. 10-279978, A (日本製紙株式会社), 20. 10月. 1998 (20. 10. 98), 特許請求の範囲、【0001】、【0039】(ファミリーなし)	13-14
Y	JP. 9-263783, A (日本石油株式会社), 7. 10月. 1997 (07. 10. 97), 特許請求の範囲、【0001】、2頁右欄下から5行-3頁左欄11行、 8頁左欄20-29行(ファミリーなし)	13-14
A	JP. 11-246881, A (株式会社ダイナテック), 14. 9月. 1999 (14. 09. 99), 文献全体(ファミリーなし)	1-16
A	JP. 10-324887, A (協同油脂株式会社), 8. 12月. 1998 (08. 12. 98), 文献全体(ファミリーなし)	1-16